

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 62-238278

(43) Date of publication of application : 19.10.1987

(51) Int.Cl. C07D301/28

(21) Application number : 61-078936 (71) Applicant : SUMITOMO CHEM CO LTD

(22) Date of filing : 04.04.1986 (72) Inventor : TOYOSHIMA YOSHIKI
TAKAHASHI TSUTOMU
SAITO NORIAKI
NAKAJIMA NOBUYUKI

(54) PRODUCTION OF GLYCIDYL ETHER OF MONO-OR POLYHYDRIC PHENOL

(57) Abstract:

PURPOSE: To carry out reaction in the presence of an anion having a specific ionic radius, in adding an alkali metal hydroxide to phenol and epichlorohydrin in the presence of an ether compound and onium salt to give the titled substance.

CONSTITUTION: A cyclic or straight-chain ether compound, e.g. dioxane or THF, is added to a homogeneous solution of a mono- or polyhydric phenol blended with epichlorohydrin in an amount of 4W15mol based on 1mol OH group and an onium salt, e.g. tetramethylammonium chloride, and then an alkali metal hydroxide by smell portions are dividedly or continuously added for 2W7hr while stirring and mixing to carry out reaction at 100W110°C under ordinary pressure or at 50W80°C under reduced pressure and afford the titled substance. An anion having ≥1.68Å ionic radius, e.g. Br- or I-, is added at an optional point of time of the reaction.

EFFECT: The aimed substance with a low hydrolyzable chlorine content and epoxy equivalent is obtained.

USE: Resins for integrated circuits of high degree of integration.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

c. 27 species

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

AN 1988:132796 HCAPLUS
DN 108:132796
ED Entered STN: 15 Apr 1988
TI Preparation of mono- or multivalent phenol glycidyl ethers with low chlorine content for potting semiconductor devices
IN Toyoshima, Yoshiki; Takahashi, Tsutomu; Saito, Noriaki; Nakajima, Nobuyuki
PA Sumitomo Chemical Co., Ltd., Japan
SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 6 pp.
CODEN: JKXXAF

DT Patent

LA Japanese

IC ICM C07D301-28

CC 37-3 (Plastics Manufacture and Processing)

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	JP 62238278	A	19871019	JP 1986-78936	19860404
	JP 07030060	B	19950405		
PRAI	JP 1986-78936		19860404		

CLASS

	PATENT NO.	CLASS	PATENT FAMILY CLASSIFICATION CODES
	JP 62238278	ICM	C07D301-28
		IPCI	C07D0301-28 [ICM,4]; C07D0301-00 [ICM,4,C*]
		IPCR	C07D0301-00 [I,C*]; C07D0301-28 [I,A]; C07D0303-00 [I,C*]; C07D0303-20 [I,A]
		ECLA	C07D301/28

AB Title glycidyl ethers are prepared by treating mono- or polyvalent phenols with epichlorohydrin (I) in the presence of cyclic or linear ethers, onium salts, alkali metal hydroxides and anions (ionic radius $\geq 1.68 \text{ \AA}$). Thus, 76.4 g 48% aqueous NaOH was added to a mixture of o-cresol novolak 110, I 509, $\text{Me}_3\text{PhCH}_2\text{N}^+ \text{Cl}^-$ 0.85 g, and ether compound over 4 h at 80° and 250 mmHg (with concurrent addition of 0.15 g KCN) to give an epoxy resin with epoxy equiv 199 and Cl 270 ppm, vs. 199 and 350, resp., for glycidyl ether prepared similarly but without $\text{Me}_3\text{PhCH}_2\text{N}^+ \text{Cl}^-$.

ST cresol novolak epoxy resin prep; chlorine content phenolic epoxy resin; semiconductor device potting epoxy resin; onium ether compd catalyst etherification; sodium hydroxide catalyst etherification epichlorohydrin; cyanate catalyst etherification epichlorohydrin phenol

IT Etherification catalysts

(alkali metal hydroxide-anion-ether-onium, for phenols with epichlorohydrin, for epoxy phenolic resins with low chlorine content)

IT Ethers, uses and miscellaneous

Quaternary ammonium compounds, uses and miscellaneous

RL: CAT (Catalyst use); USES (Uses)

(catalysts, for etherification of phenols with epichlorohydrin)

IT Potting compositions

(epoxy phenolic resins, with low chlorine content, for semiconductor devices)

IT Semiconductor devices

(potting of, low-chlorine-content epoxy phenolic resins for)

IT Epoxy resins, preparation

RL: PREP (Preparation)

(cresolic, novolak, preparation of, with low chlorine content, for potting)

IT Phenolic resins, preparation

RL: PREP (Preparation)

(epoxy, cresol-based, novolak, preparation of, with low chlorine content, for potting)

IT Phenolic resins, preparation

RL: PREP (Preparation)

(epoxy, novolak, preparation of, with low chlorine content, for potting)

IT Epoxy resins, preparation

RL: PREP (Preparation)

(phenolic, novolak, preparation of, with low chlorine content, for potting)

IT 56-93-9, Benzyltrimethylammonium chloride 75-57-0, Tetramethylammonium chloride 75-59-2, Tetramethylammonium hydroxide 151-50-8, Potassium cyanide 1310-73-2, Sodium hydroxide, uses and miscellaneous 2181-42-2, Trimethylsulfonium iodide 3115-68-2, Tetrabutylphosphonium bromide

5 5137-55-3, Trioctylmethylammonium chloride 7681-82-5, Sodium iodide, uses and miscellaneous 7778-74-7, Potassium perchlorate 13755-29-8, Sodium tetrafluoroborate 16721-80-5, Sodium hydrosulfide
RL: CAT (Catalyst use); USES (Uses)
(catalysts, for etherification of phenols with epichlorohydrin)

IT 106-89-8, reactions

RL: RCT (Reactant); RACT (Reactant or reagent)
(etherification by, of phenols, from manufacture of epoxy resins with low chlorine content)

DERWENT-ACC-NO: 1987-331889

DERWENT-WEEK: 198747

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD.

TITLE: Prepn. of high purity phenol glycidyl ether(s)- by reacting epichlorohydrin with phenol(s) in presence of base(s), onium salt(s) and specific anion(s)

PATENT-ASSIGNEE: SUMITOMO CHEM IND KK[SUMO]

PRIORITY-DATA: 1986JP-0078936 (April 4, 1986)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN IPC
<u>JP 62238278 A</u>	October 19, 1987	N/A	006	N/A
JP 95030060 B2	April 5, 1995	N/A	000	C07D 301/28

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 62238278A	N/A	1986JP0078936	April 4, 1986
JP 95030060B2	N/A	1986JP0078936	April 4, 1986
JP 95030060B2	Based on	JP 62238278	N/A

INT-CL (IPC): C07D301/28, C07D303/20

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 62238278A

BASIC-ABSTRACT:

Prepn. of glycidyl ether(s) of monohydric phenol(s) (I) or of polyhydric phenol(s) (II) is effected by reacting epichlorohydrin (III) with monohydric phenol(s) (IV) or polyhydric phenol(s) (V) in aliphatic or alicyclic-ether(s) in presence of onium salt(s), alkali metal hydroxide(s) and anion(s) of ionic radius above 1.68 Angstroms.

Ratio of (III)(mol)/hydroxy gp. is 2.520, esp. 4-15, and solvent/(III) is 10-100/100(w/w). Pref. onium salt(s) are quatammonium halide(s), quat-phosphonium salt(s) or tert-sulphonium salt(s). Ratio of onium salt(s)(mol)/hydroxyl gp. is 0.001 or more. Alkali metal hydroxide(mol)/hydroxyl gp. is about 1. Inorganic anion(s), e.g. Br-, I-, S--, CN-, ClO4-, BF4- etc. and/or organic anion(s), e.g. CH3S-, C6H5S-, etc. are used. Ratio of anion(mol)/onium salt(s) (mol) is 0.0052.0, pref. 0.1-10.

(III) and (IV) (or (IV)), aliphatic(or alicyclic-) ether(s), onium salt(s) and a part of alkali metal hydroxide are mixed successively. Reaction is carried out at 100-110 deg.C under ordinary pressure or at 5080 deg.C under reduced pressure for 2-7 hrs. with supplying alkali metal hydroxide. The anion source is added to the reaction mixt. at an arbitrary point. Reaction mixt. is treated in known manner to obtain (I) or (II) in excellent yield.

USE/ADVANTAGE - (I) and (II) are useful as raw materials of epoxyresin used in the electr(on)ic-industry. Hydrolysable chlorine content in (I) and (II) is lowered to below 300 ppm. Epoxy equiv. of (I) and (II) is lowered to below 200 by using the anion with the onium salt(s).

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: PREPARATION HIGH PURE PHENOL GLYCIDYL ETHER REACT EPICHLOROHYDRIN
PHENOL PRESENCE BASE ONIUM SALT SPECIFIC ANION

DERWENT-CLASS: A21 A85 E14 L03

⑪ 公開特許公報 (A)

昭62-238278

⑤Int.Cl.
C 07 D 301/28識別記号
厅内整理番号
7252-4C

⑥公開 昭和62年(1987)10月19日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑦発明の名称 一価または多価フェノールのグリシジルエーテルの製造方法

⑧特 願 昭61-78936

⑨出 願 昭61(1986)4月4日

⑩發明者 豊嶋 芳樹	新居浜市惣開町5番1号 住友化学工業株式会社内
⑩發明者 高橋 勉	新居浜市惣開町5番1号 住友化学工業株式会社内
⑩發明者 斎藤 憲明	新居浜市惣開町5番1号 住友化学工業株式会社内
⑩發明者 中島 伸幸	新居浜市惣開町5番1号 住友化学工業株式会社内
⑪出願人 住友化学工業株式会社	大阪市東区北浜5丁目15番地
⑫代理人 弁理士 諸石 光潤	外1名

明細書

(従来の技術)

1. 発明の名称

一価または多価フェノールの
グリシジルエーテルの製造方法

2. 特許請求の範囲

1) 一価または多価フェノールとエピクロロヒドリンとを環状または直鎖状エーテル化合物及びオニウム塩の存在下でアルカリ金属水酸化物を加えて反応させ、一価または多価フェノールのグリシジルエーテルを製造する方法において、イオン半径が1.68 Å以上のアニオンを存在させることを特徴とする一価または多価フェノールのグリシジルエーテルの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、特に電気及び電子産業用エポキシ樹脂として好適に用いられる一価または多価フェノールのグリシジルエーテルの製造方法に関する。

電気及び電子材料として使用される一価または多価フェノールのグリシジルエーテルでは加水分解性塩素の含有量の少ないことが不可欠である。

すなわち、加水分解性塩素は電気絶縁性の低下、リード線の腐蝕等の悪影響を及ぼす。

特に、半導体を使用する集積回路の封入用原料としての一価または多価フェノールのグリシジルエーテルでは加水分解性塩素の含有量の少ないことが必須である。

例えば、集積度64キロビット以上の集積回路では加水分解性塩素の含有量が、600 ppm以下である事が要求される。

さらに集積度が高い場合には300 ppm以下である事が要求される。

また加水分解性塩素の含有量の少ない事の他に、エポキシ当量が低い程望ましい。

すなわち、エポキシ当量が低いことは硬化後の架橋密度が高く、この結果ガラス転移温

度(T_g)が高くなる。

ガラス転移温度の高いことは耐熱性が高いことであり、この耐熱性も半導体封止用材料としてエポキシ樹脂に要求される主要物性である。

加水分解性塩素を低減するために、さまざまな製造方法が検討されてきた。

例えば、特公昭52-46931号公報には第四級アンモニウム塩または第四級アンモニウム塩基を付加触媒としてフェノール類と過剰のエピクロルヒドリンとからフェノール類のクロルヒドリンエーテルを製造し、統いて無水の化ナトリウムを加えて、クロルヒドリンエーテル基から脱塩化水素する事により、フェノール類のグリシジルエーテルを製造する方法が記載されている。

特開昭55-141479号公報には、第四級アンモニウム塩などの付加触媒を用いてフェノール類と、エピクロルヒドリンとから、フェノール類のクロルヒドリンエーテルを製造し、

い。

他方、エポキシ当量の低い特公昭52-46931号公報では加水分解性塩素は1000 ppmと高く、特開昭55-141479号公報では、加水分解性塩素は700 ppm以上であり十分な改良効果は見られない。

本発明は、電子材料に適したエポキシ当量が低く、かつ加水分解性塩素の含有量の少ない一価または多価フェノールのグリシジルエーテルを得るものである。

(問題を解決するための手段)

本発明は一価または多価フェノールとエピクロルヒドリンとを環状は直鎖状エーテル化合物及びオニウム塩の存在下でアルカリ金属水酸化物を加えて反応させ、一価または多価フェノールのグリシジルエーテルを製造する方法においてイオン半径が1.68 Å以上のアニオンを存在させることを特徴とする一価または多価フェノールのグリシジルエーテルを製造する方法に関するものである。

過剰のエピクロルヒドリンを蒸留によって除去してからアルカリ金属水酸化物の水溶液で脱塩化水素してフェノール類のグリシジルエーテルを製造する方法が記載されている。

また、特公昭59-40831号公報には環状または直鎖状エーテル化合物共存下、第四級アンモニウム塩または、第四級アンモニウム塩基を用い一価または多価フェノールのグリシジルエーテルを製造する方法が記載されている。

(発明が解決しようとする問題点)

本発明の目的はエポキシ当量が低く、かつ加水分解性塩素の含有量の少ない一価または多価フェノールのグリシジルエーテルを得る事である。

従来、加水分解性塩素の含有量を低減しようとした場合、塩素基とエポキシ基の反応性にほとんど差がないためエポキシ当量の増加を伴う事が多く、例えば特公昭59-40831号公報では、加水分解性塩素は280 ppm程度まで低下するが、エポキシ当量が210と高

本発明に使用される一価または多価フェノール類は、ハロゲン、アルキル基、アリル基、アルケニル基、アリール基或いはアラルキル基で置換された或いは無置換のフェノール単位より成る一価または多価フェノール類であり、具体的にはフェノール、オルトクレゾール、メタクレゾール、バラクレゾール、ジフェノールメタン(ビスフェノールF)、ジフェノールエタン、ジフェノールプロパン(ビスフェノールA)、ポリビニルフェノール、ポリイソプロペニルフェノール、四臭化ビスフェノールA、1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-1-フェニルエタン、1,1-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)-1-ジメチルメタン、フェノールノボラック、臭素化フェノールノボラック、クレゾールノボラック、臭素化クレゾールノボラック、レゾルシンノボラック、臭素化レゾルシンノボラック、レゾルシン、ヒドロキノン、メチルレゾルシン、四塩化ビスフェノールAなどが

挙げられるが、これらに限定されるものではない。

本発明で使用されるエピクロルヒドリンの使用量はフェノール型水酸基1モルに対し2.5モル～2.0モルが好ましく、より好ましくは、4モル～1.5モルである。

エピクロルヒドリンの使用量が少ないと、分子間反応による高分子量物の生成により一価または多価フェノールのグリシジルエーテルの溶融粘度上昇等の品質低下が起り、さらにゲル生成量が増加するなど工業的に不利益となるためであり、またエピクロルヒドリンの使用量が多いと反応混合物の容積が増加するので、生産性が低下する等の工業的な不利益が生じるためである。

本発明で使用されるアルカリ金属水酸化物は、具体的に水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどである。

アルカリ金属水酸化物の使用量は、フェノール型水酸基1モルに対し当モル程度が好ま

しい。

アルカリ金属水酸化物の使用量が少ないと、副生するゲル量が少なく製造上有利であるが、加水分解性塩素が残存する。

アルカリ金属水酸化物の使用量が多いゲル量が増加するので製造上不利益となる。

本発明で使用される環状または直鎖状のエーテル化合物とは、具体的にはジオキサン、ジエトキシエタン、テトラヒドロフラン、ジエチルエーテルなどであるが、これらに限定されるものではない。

これらのエーテル化合物類の使用量は、エピクロルヒドリン100重量部当り10～100重量部が好ましい。

使用量が10重量部未満では、本発明の効果があまり顯著ではない。

使用量が多過ぎると分子間反応が進行しエポキシ当量が増加するので好ましくない。

本発明で使用されるオニウム塩は具体的には、テラトラメチルアンモニウムクロライド、

テトラメチルアンモニウムプロマイド、テトラメチルアンモニウムヨーダイド、テトラメチルアンモニウムハイドロキサイド、ベンジルトリメチルアンモニウムクロライド、ベンジルトリエチルアンモニウムクロライド、テラブチルアンモニウムヨーダイド、ベンジルトリブチルアンモニウムクロライド、テトラブチルアンモニウムプロマイド、テトラブチルアンモニウムハイドロゼンスルフェイト、トリオクチルメチルアンモニウムクロライド、塩化コリン、ベンジルトリメチルアンモニウムハイドロキサイド、テトラブチルアンモニウムハイドロキサイド等第四級アンモニウム塩、テトラブチルホスホニウムクロライド、テトラブチルホスホニウムヨーダイド、トリブチルヘキサデシルホスホニウムプロマイド、トリブチルメチルホスホニウムヨーダイド、メチルトリフェニルホスホニウムヨーダイド等第四級ホスホニウム塩、トリメチルスルホニ

ウムヨーダイド等第三級スルホニウム塩等であるが、これらに限定されるものではない。

オニウム塩の使用量は、フェノール型水酸基1モルに対し、0.001モル以上が好ましい。

使用量が0.001モル未満では加水分解性塩素を低減する効果が充分でない。

本発明で言うイオン半径とは、種々の文献にその数値、測定法の記載があるが例えば化学便覧基礎編改訂2版（昭和50年6月20日、丸善株式会社発行）1407ページ及びヒューエイ無機化学（上）（小玉剛二、中沢浩訳、第1版第1刷1984年10月25日、株式会社東京化学同人発行）72ページから78ページに記載、特に表3・4、表3・5に数値例が示されている。

本発明で使用されるイオン半径が1.68 Å以上のアニオンとしては特に限定されるものではないが、一般的に入手し易いものからBr⁻、I⁻、S²⁻、SH⁻、CN⁻、Cl⁻

O_2^- 、 BF_4^- などの無機イオン、 CH_3^- 、 S^- 、 $\text{C}_6\text{H}_5\text{S}^-$ 、 $\text{C}_6\text{H}_5\text{COO}^-$ などの有機イオンがある。

これらのアニオンを供給する物質としては、上記イオンのアルカリ金属塩、アンモニウム塩などであり具体的には水硫酸ナトリウム、硫酸ナトリウム、ナトリウムメチルチオラート、ナトリウムフェニルチオラート、安息香酸ナトリウム、ヨウ化カリウム、シアン化カリウム、チオシアン酸カリウム、過塩素酸カリウム、四フッ化ホウ酸ナトリウム等であるがこれらに限定されるものではない。

イオン半径が、1.68 Å以上のアニオンの使用量は、オニウム塩1モルに対し0.005~2.0gイオンが好ましい。

より好ましくは0.1~1.0gイオンである。

使用量が少ないと、エポキシ当量が増加するし、使用量が多いと加水分解性塩素を低減する効果が充分でなくなる。

もよるが約50°C~80°Cに保持しつつ内溶液を共沸させる。

揮発分は凝縮して、凝縮液は有機層と水層に分離し有機層は反応系に戻す方法で脱水を行う。

イオン半径が1.68 Å以上のアニオンは、反応系に反応の開始前またはそれ以降の任意の時点で添加するとよい。

反応終了後はまず蒸溜により未反応のエピクロルヒドリン及び環状または直鎖状エーテル化合物を除去し、次にメチルイソブチルケトンなどのケトン類またはトルエンの様な芳香族炭化水素溶媒で溶解し、不溶のアルカリ金属の塩を沪別または水洗により除去し、さらに、蒸溜により溶媒を除去して一価または多価フェノールのグリシジルエーテルを得る。

本発明で云うエポキシ当量とは、エポキシ基1グラム当量を含むエポキシ樹脂のグラム数で定義される。

また加水分解性塩素とは、エポキシ樹脂を

本発明において、フェノール類のエポキシ化反応は本発明の如き特定の化合物を用いる点を除き、公知の方法により行うことができるが、例えば次のようにしておこなうことができる。

まず、一価または多価フェノールとエピクロルヒドリンを先に記述の割合で混合する。

固体のフェノール類もエピクロルヒドリンに溶解して均一の溶液となる。

ここにさらに環状または直鎖状エーテル化合物を加えて混合する。

攪拌混合しながらオニウム塩、次にアルカリ金属水酸化物を加えて反応を行う。

アルカリ金属水酸化物の添加は均一に反応させるため、2~7時間かけて少量づつ分割添加又は連続添加させる。

一時的に入れると局部的に反応が進みゲルが生成して好しくない。

この反応は、常圧または減圧下で温度は常圧下約100~110°C、減圧下では圧力に

ジオキサンに溶解し、水酸化カリウムのアルコール溶液を加え還流状態で30分間加熱したときに脱離する塩素イオンを硝酸銀溶液で滴定して定量し、該化合物中の塩素原子の重百分率で変わしたものである。

以下に、本発明を実施例をもって詳細に説明するが、これらに限定されるものではない。(実施例1~6及び比較例1~4)

温度計、滴下ロート、攪拌翼、及び冷却管付分離管を有する容量1Lのセパラブルフラスコを用いて、第1表に示す条件によりフェノール類をエピクロルヒドリンからフェノール類のグリシジルエーテルを合成した。

フェノール類とエピクロルヒドリンと環状または直鎖状エーテル化合物を均一に溶解してからオニウム塩を添加し溶解した。

温度約80°C、圧力250mmHgにてアルカリ金属水溶液を4時間で連続的に添加した。

アニオンを供給する物質は表-1に示す量、

時点に添加した。

反応終了後は未反応のエピクロルヒドリン環状または直鎖状エーテル化合物、微量残存する水分を減圧蒸溜により除去した。

この時得られた副生塩を含む、フェノール類のグリシジルエーテルをメチルイソブチルケトンに溶解し、さらに温水を加え副生塩及びオニウム塩を溶解し、有機層と水層とを分離した。最終的にフェノール類のグリシジルエーテルを含むメチルイソブチルケトンに含まれる微量の水分を蒸溜により除き、微量残存する塩を沪別してから減圧蒸溜によりメチルイソブチルケトンを除去してフェノール類のグリシジルエーテルを得た。得られたフェノール類のグリシジルエーテルの加水分解性塩素を測定した。各実施例における各成分の種類と仕込み量及びモル数、反応条件などを表-1に示した。表-2には得られたフェノール類のグリシジルエーテルの加水分解性塩素量及びエポキシ当量を示した。

表-1

	フェノールの種類	フェノールの量(g)	エピクロルヒドリン(g)	水酸化ナトリウム(48%水溶液)(g)	オニウム塩の種類	オニウム塩の量(g)	アニオンを供給する物質		
							種類	添加時期	量(g)
実施例1	オルソクレゾールノボラック	110 (0.917)*	509 (4.59)**	76.4 (0.917)**	ベンジルトリメチルアンモニウムクロライド	0.85 (0.0046)**	シアノ化カリウム	反応途中	0.15 (0.023)**
実施例2	同上	同上	同上	同上	テトラメチルアンモニウムクロライド	0.50 (0.0020)**	四フッ化ホウ酸ナトリウム	反応終了直後	0.13 (0.012)**
実施例3	同上	同上	同上	同上	テトラブチルホスホニウムプロマイド	0.78 (0.0029)**	過塩素酸カリウム	反応途中	0.032 (0.0009)**
実施例4	同上	同上	同上	同上	テトラメチルアンモニウムハイドロキサイド	0.42 (0.0046)**	ヨウ化ナトリウム	反応初期	0.52 (0.0034)**
実施例5	フェノールノボラック	110 (1.04)*	577 (5.20)**	88.2 (1.06)**	トリオクチルメチルアンモニウムクロライド	1.26 (0.0031)**	同上	反応終了直後	0.52 (0.0034)**
実施例6	オルソクレゾールノボラック	110 (0.917)*	509 (4.59)**	76.4 (0.917)**	トリメチルスルホニウムヨーダイド	0.94 (0.0046)**	水酸化ナトリウム	同上	0.13 (0.0023)**
比較例1	同上	同上	同上	同上	ベンジルトリメチルアンモニウムクロライド	1.70 (0.0092)**	無	—	—
比較例2	同上	同上	同上	同上	テトラメチルアンモニウムクロライド	2.01 (0.018)**	無	—	—
比較例3	同上	同上	同上	同上	ベンジルトリメチルアンモニウムハイドロキサイド	3.00 (0.018)**	無	—	—
比較例4	同上	同上	同上	同上	無	—	無	—	—
比較例5	同上	同上	同上	同上	無	—	シアノ化カリウム	反応初期	0.15 (0.023)**

*フェノール性水酸基のモル数

**モル数

表-2

	エポキシ当量	加水分解性 塩素(ppm)
実施例1	199	270
実施例2	197	250
実施例3	198	220
実施例4	195	230
実施例5	186	260
実施例6	199	270
比較例1	208	270
比較例2	211	290
比較例3	209	270
比較例4	197	380
比較例5	199	350

(発明の効果)

本発明により、イオン半径が1.68 Å以上のアニオンとオニウム塩を併用する事により、加水分解性塩素300 ppm以下と少なく且つエポキシ当量が200より低い、一価または多価フェノールのグリシジルエーテルが得られる。

このグリシジルエーテルは、高集積度の集積回路の封止用エポキシ樹脂として好適に用いられる。